

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

DIALOG(R) File 351:Derwent WPI
(c) 2003 Thomson Derwent. All rts. reserv.

003152397

WPI Acc No: 1981-12937D/198108

Negatively charged dry process toners - contain nitrohumic acid as the polarity regulating agent, used for developing latent electrostatic images

Patent Assignee: DAINIPPON INK & CHEM KK (DNIN)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 81002950	B	19810122				198108 B
JP 50133838	A	19751023				198108

Priority Applications (No Type Date): JP 7439485 A 19740409

Abstract (Basic): JP 81002950 B

Negatively charged dry-process toners for developing latent electrostatic images contain nitrohumic acid and/or its salts as the polarity regulating agent. Thus, nitrohumic acid 5, carbon black 10, and Piccolastic D-125 (polystyrene, Esso) 85 parts were hot blended, cooled, then pulverised to a 1-50 micron powder. A developer was obtd. by mixing the above powder 4 pts. with an Fe carrier powder (EFV 200-300, Nippon Teppun Co.) 100. A positive image was obtd. on a Se electrophotological plate by developing a positive charged latent image with the developer. The developer image was then transferred to a receptor sheet by using a +5000 V corona discharge.

By thermal fixing a high quality positive image was obtd. Copies obtd. with a control not contg. nitrohumic acid showed background blemished and fog, and not a clear image. (J50133838)

Title Terms: NEGATIVE; CHARGE; DRY; PROCESS; TONER; CONTAIN; NITROHUMIC;

ACID; POLARITY; REGULATE; AGENT; DEVELOP; LATENT; ELECTROSTATIC; IMAGE

Derwent Class: A89; G08; P84

International Patent Class (Additional): G03G-009/08

File Segment: CPI; EngPI

Manual Codes (CPI/A-N): A05-J; A12-L05C; G06-G05

Plasdoc Codes (KS): 0020 0231 0304 1311 1363 2022 2326 2542 2651 2808

Polymer Fragment Codes (PF):

001 011 04- 055 056 153 213 217 231 250 368 386 393 479 575 592 593 658
659 684 688 720 724 725

⑬ 日本国 許庁
公開特許公報

⑪特開昭 50-133838

⑬公開日 昭50.(1975) 10.23

⑫特願昭 49-39485

⑫出願日 昭49.(1974) 4. 8

審査請求 未請求 (全4頁)

庁内整理番号

6715 46

⑭日本分類

103 K112

⑮Int. Cl²

G03G 9/08

(2.0.0.0) 特 許 願

昭 49年4月7日

特許庁長官 斎藤 英 雄 殿

1. 発 明 の 名 称

フロッピーディスク
負荷電性乾式トナー

2. 発 明 者

〒100 東京都千代田区
千代田 丸の内 2丁目7番11号
大日本インキ化学工業株式会社
(ほか1名)

3. 特 許 出 願 人

〒100 東京都千代田区
千代田 丸の内 2丁目7番11号
大日本インキ化学工業株式会社
代表者 川 村 勝 己

4. 送附書類の目録

(1) 明 細 書 1 通
(2) 願 書 附 本 1 通 方式

明 細 書

1. 発 明 の 名 称

負荷電性乾式トナー

2. 特許請求の範囲

荷電性制御剤としてニトロフミン塩及び/又はニトロフミン塩を含有することを特徴とする負荷電性乾式トナー。

3. 発 明 の 詳 細 な 説 明

本発明は電子写真、静電記録、静電印刷等に用いられる負荷電性乾式トナーに関するものである。負荷電性乾式トナーとは、キャリア物質と呼ばれる炭粉、ガラスビーズ等と接触摩擦して負に荷電する性質をもつたトナーをさし、感光電子像、カスケード像、パウダークラウド像等の現像法によって正の静電潜像を現像すれば、ボツ像が得られるものである。

一般に乾式トナーは天然又は合成樹脂に染料、顔料等の着色剤を混合した微粒子粉末である。トナーの荷電性は着色剤を被覆して表面に存在する微粒子の荷電特性によつてのみ決定されるものでなく、樹脂と着色剤の如き添加剤との組み合わせによつて決定される。例えばステレンオリゴマー(平均分子量10⁴以下)を結着剤として使用する場合には説明すれば、ステレンオリゴマー自身はキャリア物質と接触摩擦した時に負に荷電するが、これに染料、顔料等の着色剤を混合せしめて製造した乾式トナーは、多くの場合正又は正、負混合された不安定な荷電特性を示し、明確に負荷電性を示すものは少ない。負荷電性を賦与する添加物質として従来知られているものとしては、2:1型金属錯塩染料があるが、2:1型金属錯塩染料は貴金属により環境を汚染する危険がある。

本発明は荷電性制御剤としてニトロフミン塩及び/又は

はニトロフミン酸塩を含有することを特徴とする負荷電性乾式トナーに関するものである。

本発明に係わる負荷電性乾式トナーは荷電率が極めて良好であるから、本発明に係わる負荷電性乾式トナーを使用すれば、熱汚れ（非画像部の下地の均一な汚れ）が少なく、尾引き（画像の端部が崩れて尾を引いた様になる現象）
でフィグ（本画像と本画像が共存する現象）

が無く、エッジ効果（画像の端部付近の濃度が中心部に比べて高くなる現象）が少ない高品質の画像を得ることが出来る。

さらに、本発明に係わる負荷電性乾式トナーは、2:1 苛性硫酸塩を含有したトナーのように、環境を汚染する危険がない。

ニトロフミン酸とは、フミン酸、特に重炭酸、カプ炭の如き低炭化度石炭のフミン酸およびフムスに硝酸を作用させたとき、酸化分解して得られるカプ色無定形の粉末である。

本発明に係わる乾式トナーを製造するとき使用される樹脂を例記すれば、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、クロロ樹脂、マレイン酸樹脂、フマル酸樹脂、スチレン樹脂、スチレン-メタクリル酸メチル共重合樹脂、スチレン-メタクリル酸ステアリル共重合樹脂、スチレン-メタクリル酸ステアリル-メタクリル酸三元共重合樹脂等が挙げられるが、これだけに限定されるものではない。

着色剤としては、ニトロフミン酸並びにニトロフミン酸塩自身がカプ色である為、カーボンブラック等の黒色ないしは黒色の染料料を使用することが好ましい。

本発明に係わる負荷電性乾式トナーを製造する第1の方法としては、ニトロフミン酸またはニトロフミン酸塩、樹脂、着色剤などを加熱5本ロールミルによつて加熱溶融下で練肉した後に、冷却固化後1~50μの粒径に粉砕する方法を挙げることができ、この場合のニトロフミン酸または

組成や性状は原料及び製造条件により異なるが、おおよそ無水無灰換算C 54~60% H 3.5~4.0% N 2~5%の組成をもち、フェノール性水酸基、カルボキシ基、ニトロ基、オキシイミノ基を含有する。平均分子量は1000~1500である。

例えば、 $C_{10}H_{10}O_8(COOH)_2(OH)_2(CO)_2(NO_2)_2NOH$ なる式で示される。

本発明に於いては、荷電率性制御剤として上記の如きニトロフミン酸のかわりに、ニトロフミン酸ナトリウム、ニトロフミン酸バリウム、ニトロフミン酸カリウム、ニトロフミン酸マグネシウム、ニトロフミン酸アルミニウム、ニトロフミン酸カルシウム、ニトロフミン酸アンモニウム、ニトロフミン酸鉄、ニトロフミン酸コバルト、ニトロフミン酸ニッケル、ニトロフミン酸亜鉛、ニトロフミン酸クロムの如きニトロフミン酸塩を使用してもよい。

はニトロフミン酸塩の使用割合は負荷電性乾式トナー中に1~30重量%とすることが好ましい。

また、本発明に係わる負荷電性乾式トナーを製造する第2の方法としては、ニトロフミン酸ナトリウムの如き水溶性ニトロフミン酸塩の水溶液に樹脂と着色剤の溶解液内物を0.5~2mmの粒径に粉砕したものに加え、ボールミルを用いて1~70μの粒径に湿式粉砕した後に、圧濾脱水するか、或は噴霧乾燥機で乾燥せしめ、表面に水溶性ニトロフミン酸塩を付着させた負荷電性乾式トナーを製造する方法を挙げることができ、この方法に於いては湿式粉砕を行なつた後に塩化カルシウム、塩化コバルト等を加えて水溶性ニトロフミン酸塩をニトロフミン酸カルシウム、ニトロフミン酸コバルト等の水不溶性ニトロフミン酸塩とし、これを負荷電性乾式トナーの表面に沈着させてもよい。

また、本発明に係わる負荷電性乾式トナーを製造する第

5の方法としては、水溶性ニトロフミン鹽塩の水溶液にカーボンブラック等の着色剤を加えて良く混合し、戸過脱水するか、或は噴 乾燥機で乾燥せしめて表面に水溶性ニトロフミン鹽塩を付着させたカーボンブラックを剥離した後、得られたカーボンブラックと樹脂を加熱するロールミルによつて加熱融解下で練肉し、冷却固化径1~50μの粒径に粉碎して負荷電性乾式トナーを製造する方法を挙げることができ、この方法に於いては水溶性ニトロフミン鹽塩の水溶液に着色剤を加えて良く混合した後、塩化カルシウム、塩化コバルト等を加えて水溶性ニトロフミン鹽塩をニトロフミン鹽カルシウム、ニトロフミン鹽コバルト等の水不溶性ニトロフミン鹽塩とし、これをカーボンブラックの表面に沈着させてもよい。

尚、第2並びに第3の方法に従つて負荷電性乾式トナーを製造する場合には、ニトロフミン鹽塩の使用割合は負荷

電性乾式トナー中に0.1~10重量%とすることが好ましい。

次に、実施例によつて本発明を具体的に説明する。但し、以下に於ける部は全て重量部を意味するものとする。

実施例 1

ニトロフミン鹽 (北炭化成社製)	5 部
エルフ 75 (キヤボット社製カーボンブラック)	10 部
ビロステンック D-125 (エツソスタンダード 石油社製 ポリステレン)	85 部

上記配合の混合物を加熱するロールミルによつて溶解練肉し、冷却後ジエツトミルで粉碎して粒径1~50μの本発明に係わる負荷電性乾式トナーを得た。この負荷電性乾式トナー4部を日本鉄粉社製キヤリヤー鉄粉EFV200-300、100部と混合して現像剤とする。

+5000Vのコロナ放電にて帯電されたセレン感光板上

に正の静電気像を形成させ、上記現像剤を用いて送気網子法によつて現像したところ、ボジ像を得た。次にボジ像上に上質紙を重ね、さらにその上方に+5000Vのコロナ放電を与えて転写させ、加熱定着すると、上質紙上に明確な高品質なボジ画像を得た。

比較として、上記配合からニトロフミン鹽を除いて乾式トナーを製造し、上記と全く同様の方法で現像したところ、得られた像は黒汚れとフォグの多い不鮮明なものでしかなくつた。

実施例 2

ニトロフミン鹽	5 部
エルフ 75	10 部
エビコート 1004 (シエル石油社製 エポキシ樹脂)	60 部
マルキード 50A (克川林重社製 マレイン酸樹脂)	10 部

上記配合の混合物を加熱ロールミルによつて溶解練肉し、冷却後ジエツトミルで粉碎して粒径1~50μの本発明に係わる負荷電性乾式トナーを得た。

得られた負荷電性乾式トナーを使用して実施例1と同様の方法でセレン感光板上の正の静電気像を現像し、転写定着したところ、黒汚れの少ない明瞭なボジ画像を得た。

実施例 3

エレフ 75	10 部
ハイマー ST-95 (三洋化成社製 ステレンオリゴマー)	90 部

上記配合の混合物を加熱するロールミルによつて溶解練肉し、冷却後粒径0.5~2μの粉末に粉碎した。これを1%水酸化ナトリウム水溶液200部に加え、さらにニトロフミン鹽0.5部を加えてボールミルで48時間粉碎して粒径1~70μの微粒子粉末のスラリーを得た。

このスラリーに良く攪拌しながら、10%塩化カルシウム水溶液5部を加えて、微粒子粉末の表面にニトロフミン酸カルシウムを沈着せしめた。

次いで、浮遊脱水後、55℃で真空乾燥して本発明に係わる負荷電性乾式トナーを得た。得られた負荷電性乾式トナーを使用して実施例1と同様の方法でセレン感光板上の正の静電潜像を現像し、転写定着したところ、明瞭なボジ画像が得られた。

実施例 4

1%水酸化ナトリウム水溶液	50 部
ニトロフミン酸	0.5 部
メルブ 7.5	10 部

上記配合の混合物を良く攪拌し、10%塩化コバルト水溶液 5部を加えてカーボンブラックの表面にニトロフミン酸コバルトを沈着せしめ、浮遊脱水後、100℃

で乾燥せしめた。

得られたカーボンブラックとビロスタックD-125 90部を混合して、加熱5エロールによりて用融混練し、冷却後ジエツトロールで粉砕して粒径、1~50μの本発明に係わる負荷電性乾式トナーを得た。

得られた負荷電性乾式トナーを使用して実施例1と同様の方法でセレン感光板上の正の静電潜像を現像し、転写定着したところ、明瞭なボジ画像が得られた。

特許出願人 大日本インキ化学工業株式会社

5. 前記以外の発明者

トシキ 山本
東京都豊島区東池袋5丁目11番1号

高 橋 晋 次